

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10758-5:2016

ISO 18589-5:2009

Xuất bản lần 1

**ĐO HOẠT ĐỘNG PHÓNG XẠ TRONG MÔI TRƯỜNG -
ĐẤT - PHẦN 5: ĐO STRONTI 90**

Measurement of radioactivity in the environment - Soil -Part 5: Measurement of strontium 90

HÀ NỘI - 2016

Lời nói đầu

TCVN 10758-5:2016 (ISO 18589-5:2009) hoàn toàn tương đương với ISO 18589-5:2009.

TCVN 10758-5:2016 (ISO 18589-5:2009) do Tiểu Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC85/SC2 Bảo vệ bức xạ biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ TCVN 10758 (ISO 18589) Đo hoạt độ phóng xạ trong môi trường – Đất gồm có các tiêu chuẩn sau:

- TCVN 10758-1:2016 (ISO 18589-1:2005), *Phần 1: Hướng dẫn chung và định nghĩa*;
- TCVN 10758-2:2016 (ISO 18589-2:2015), *Phần 2: Hướng dẫn lựa chọn chiến lược lấy mẫu, lấy mẫu và xử lý sơ bộ mẫu*;
- TCVN 10758-3:2016 (ISO 18589-3:2015), *Phần 3: Phương pháp thử các nhân phóng xạ phát gamma bằng đo phổ gamma*;
- TCVN 10758-4:2016 (ISO 18589-4:2009), *Phần 4: Đo các đồng vị plutoni (plutoni 238 và plutoni 239+240) bằng phổ alpha*;
- TCVN 10758-5:2016 (ISO 18589-5:2009), *Phần 5: Đo stronti 90*;
- TCVN 10758-6:2016 (ISO 18589-6:2009), *Phần 6: Đo tổng hoạt độ alpha và tổng hoạt độ beta*;

Bộ ISO 18589 còn có tiêu chuẩn:

- ISO 18589-7:2013 *Measurement of radioactivity in the environment – Soil – Part 7: in situ measurement of gamma-emitting radionuclides*.

Lời giới thiệu

Bộ tiêu chuẩn TCVN 10758 được biên soạn theo phương pháp chấp nhận hoàn toàn tương đương với bộ tiêu chuẩn ISO 18589 đề cập đến các nội dung liên quan đến đo hoạt độ phóng xạ trong môi trường đất.

Các tiêu chuẩn từ phần 1 đến phần 6 được sử dụng cho người chịu trách nhiệm về xác định hoạt độ phóng xạ có trong đất. Phần 1 và phần 2 là các tiêu chuẩn về yêu cầu chung. Phần 3 đến phần 5 đề cập đến các phép đo nhân phóng xạ cụ thể và phần 6 đề cập đến phép đo thông thường hoạt độ phóng xạ alpha và beta.

Đo hoạt độ phóng xạ trong môi trường - Đất -

Phần 5: Đo stronti 90

Measurement of radioactivity in the environment – Soil –

Part 5: Measurement of strontium 90

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định nguyên tắc đo hoạt độ ^{90}Sr , cân bằng với ^{90}Y và ^{89}Sr , nhân phóng xạ phát beta nghèo trong mẫu đất. Phương pháp tách hóa học khác nhau được trình bày để tạo ra nguồn stronti và ytri, hoạt độ của chúng được xác định sử dụng máy đếm từng phân (PC) hoặc máy đếm nhấp nháy lỏng (LSC). Lựa chọn phương pháp đo tùy thuộc vào nguồn gốc ô nhiễm, đặc tính của đất được phân tích, độ chính xác yêu cầu của phép đo và nguồn lực của phòng thử nghiệm có sẵn. Phương pháp này được sử dụng để quan trắc đất từ trước đây hoặc hiện tại, sự cố hoặc định kỳ, sự xả thải chất lỏng hoặc khí. Phương pháp này cũng bao gồm cả việc quan trắc ô nhiễm do bụi phóng xạ toàn cầu. Trong trường hợp bụi phóng xạ ngay sau sự cố hạt nhân, sự đóng góp ^{89}Sr vào tổng hoạt độ stronti là không được bỏ qua. Tiêu chuẩn này cung cấp phương pháp đo để xác định hoạt độ ^{90}Sr khi có ^{89}Sr .

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 6398-9 (ISO 31-9)¹, *Đại lượng và đơn vị – Phần 9: Vật lý nguyên tử và vật lý hạt nhân*;

TCVN 6495 (ISO 11074), *Chất lượng đất – Từ vựng*;

TCVN 10758-1 (ISO 18589-1) *Đo hoạt độ phóng xạ trong môi trường – Đất – Phần 1: Hướng dẫn chung và định nghĩa*;

¹ TCVN 6398-9 (ISO 31-9) được thay bằng TCVN 7870-10 (ISO 80000-10)

TCVN 10758-2 (ISO 18589-2), *Đo hoạt độ phóng xạ trong môi trường – Đất – Phần 2: Hướng dẫn lựa chọn chiến lược lấy mẫu, lấy mẫu và xử lý sơ bộ mẫu;*

TCVN ISO/IEC 17025, *Yêu cầu chung đối với năng lực của phòng thử nghiệm, phòng hiệu chuẩn.*

3 Thuật ngữ, định nghĩa và ký hiệu

Trong tiêu chuẩn này, áp dụng các thuật ngữ, định nghĩa và các ký hiệu nêu trong TCVN 10758-1 (ISO 18589-1), TCVN 6495 (ISO 11074), TCVN 6398-9 (ISO 31-9) và các ký hiệu sau:

m	Khối lượng phần mẫu thử, tính bằng kilogam
a_i	Hoạt độ trên đơn vị khối lượng của nhân phóng xạ i , tính bằng becquerel trên kilogam
$A_{i,s}$	Hoạt độ nguồn hiệu chuẩn của nhân phóng xạ i , tính bằng becquerel trên kilogam
A_i	Hoạt độ nguồn mẫu của nhân phóng xạ i , tại thời điểm $t = 0$, tính bằng becquerel
t_g	Thời gian đếm mẫu, tính bằng giây
t_0	Thời gian đếm phòng nền, tính bằng giây
t_s	Thời gian đếm nguồn hiệu chuẩn,
r_g	Tốc độ đếm tổng mẫu trên giây,
r_0	Tốc độ đếm phòng nền trên giây
r_s	Tốc độ đếm nguồn hiệu chuẩn trên giây,
$R_{c,i}$	Hiệu suất chiết hóa học của nhân phóng xạ i
ε_i	Hiệu suất đếm của nhân phóng xạ i
λ_i	Hằng số phân rã của nhân phóng xạ i
t_d, t_f	Thời gian bắt đầu và kết thúc tương ứng của phép đo được quy chiếu về $t = 0$, tính bằng giây,
r_{gj}	Tốc độ đếm tổng trên giây, đối với phép đo j
r_{0j}	Tốc độ đếm phòng nền trên giây, đối với phép đo j
r_j	Tốc độ đếm thực trên giây, đối với phép đo j
t_j	Thời gian bắt đầu của phép đo j , quy chiếu về $t = 0$
$u(a_i)$	Độ không đảm bảo chuẩn của kết quả phép đo, tính bằng becquerel trên kilogam
U	Độ không đảm bảo mở rộng được tính bằng $U = k \cdot u(a_i)$ với $k = 1, 2, \dots$ tính bằng becquerel trên kilogam
a_i^*	Ngưỡng quyết định, tính bằng becquerel trên kilogam
$a_i^{\#}$	Giới hạn phát hiện, tính bằng becquerel trên kilogam
$a_i^{\triangleleft}, a_i^{\triangleright}$	Giới hạn dưới và trên của khoảng tin cậy, tính bằng becquerel trên kilogam

4 Nguyên lý

^{90}Sr , ^{90}Y và ^{89}Sr là các nhân phóng xạ phát beta nghèo. Năng lượng phát beta của chúng và thời gian bán rã được đưa ra ở Bảng 1²⁾.

Bảng 1 – Năng lượng phát beta trung bình và chu kỳ bán rã của ^{90}Sr , ^{90}Y và ^{89}Sr

	^{90}Sr	^{90}Y	^{89}Sr
Năng lượng beta, keV	196	926,7	584,6
Chu kỳ bán rã	28,8 a	2,67 d	50,6 d

Stronti có thể được đo trực tiếp hoặc ước tính thông qua phép đo các sản phẩm con của chúng, ytri. Tất cả phép đo được dựa trên các bước tách hóa học sau khi đếm năng lượng beta của nguyên tố Sử dụng PC hoặc LSC (xem Bảng 2 và Tài liệu tham khảo [1], [2] và [3])

4.1 Tách hóa học

Bước giải hấp phần mẫu thử sau đây, phân lập stronti ra khỏi dung dịch đất sử dụng quá trình kết tủa hoặc tách riêng bằng kỹ thuật sắc ký sử dụng các hạt hấp thụ thích hợp như nhựa "ete crown". Ytri có thể được phân lập bằng kết tủa hoặc chiết lỏng-lỏng.

Bước chiết phải được tối đa hóa chiết nguyên tố nghèo. Chọn phương pháp là lựa chọn phương pháp có hiệu suất hóa học cao. Vì đồng vị phóng xạ thori, chì và bismut có trong đất, chúng cần được loại bỏ khỏi mẫu do chúng có thể gây nhiễu với việc phát ^{90}Sr hoặc ^{90}Y hoặc ^{89}Sr trong các bước phát hiện. Các thành phần nền khác có thể gây nhiễu như các nguyên tố kiềm thổ, canxi đối với xác định stronti, hoặc các nguyên tố phóng xạ và nguyên tố họ lantan đối với ytri cũng cần được loại bỏ vì chúng làm giảm hiệu suất hóa học của quá trình chiết.

Hiệu suất tách hóa phóng xạ được tính toán sử dụng chất mang như Sr hoặc Y bền vững hoặc các chất đánh dấu phóng xạ như ^{85}Sr . Các kỹ thuật, như phổ hấp thụ nguyên tử (AAS) hoặc phổ phát xạ nguyên tử plasma cặp cảm ứng (ICP-AES) hoặc phổ khối lượng plasma cặp cảm ứng (ICP-MS) để đo chất mang và phổ gamma để đo ^{85}Sr nên dùng. Chất mang có thể được đo bằng phương pháp trọng lượng, nhưng sự có mặt của các nguyên tố không hoạt hóa, các nguyên tố kiềm thổ cần thiết, trong dung dịch ngâm chiết có thể dẫn đến ước lượng sai hiệu suất tách hóa phóng xạ, đặc biệt đối với phép đo Sr.

Khi stronti bền vững được bổ sung làm chất mang, nồng độ ban đầu của chúng trong mẫu thử cần được biết để tránh ước lượng sai hiệu suất tách hóa phóng xạ.

4.2 Phát hiện

Nên sử dụng LSC, loại cho phổ và cho phép phát hiện nhiều từ các nhân phóng xạ không mong muốn, hơn là PC, không phân biệt được giữa phát xạ từ các nguồn phát beta khác nhau. Nếu sử dụng PC,

²⁾ Nguồn: BIPM (Bureau international des Poids et mesures)

độ tinh khiết của kết tủa nên được kiểm tra bằng cách thay đổi thời gian phù hợp của hoạt độ ^{90}Y hoặc ^{89}Sr , mặc dù phương pháp này là mất nhiều thời gian.

Phương pháp giải hấp Sr/Y trong phần mẫu thử đất được nêu trong Phụ lục A. Ba phương pháp đo này được trình bày trong các Phụ lục B, Phụ lục C và Phụ lục D.

Bảng 2 – Quy trình xác định đối với stronti phụ thuộc vào nguồn gốc của nó

Nguồn gốc		Bụi phóng xạ cũ				Bụi phóng xạ mới	
Nhân phóng xạ		$^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$				$^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$ ^{89}Sr	
Phân tách	Nguyên tố	Sr		→ Y ^a		Sr	
	Phương pháp	Sắc ký ^b	Kết tủa	Chiết	Kết tủa	Sắc ký ^b	Kết tủa
	Sản phẩm	^{90}Sr		^{90}Y		$^{90}\text{Sr}+^{89}\text{Sr}$	
	Chất mang hoặc chất đánh dấu ^c	^{85}Sr hoặc Sr bền		Y bền		^{85}Sr hoặc Sr bền	
(Các) Phương pháp đo	Trạng thái cân bằng $^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$	Có Từ 15 đến 20 ngày (khuyến nghị)		↑ Không		Có Từ 15 đến 20 ngày (khuyến nghị)	
	Số lượng	↓ Một		↓ Một		Hai hoặc nhiều hơn	
	Phát xạ	^{90}Sr ^{90}Y		^{90}Y		^{90}Sr ^{90}Y ^{89}Sr	
	Thiết bị	PC hoặc LSC (tổng)		PC hoặc LSC (tổng hoặc Cerenkov)		PC hoặc LSC (tổng)	
	Nguồn hiệu chuẩn	$^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$	^{90}Sr ^{90}Y	^{90}Y		$^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$ ^{89}Sr	^{90}Sr ^{90}Y ^{89}Sr

a Việc tách Y được thực hiện theo trạng thái cân bằng của $^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$ trong mẫu thử.

b Sắc ký riêng sử dụng nhựa ete crown.

c Phép đo dùng chất mang hoặc chất đánh dấu được thực hiện bằng phép đo phổ gamma đối với ^{85}Sr và phép đo trọng lực, phổ hấp thụ nguyên tử (AAS) hoặc phổ khối lượng (MS) cho Sr và Y.

5 Thuốc thử và thiết bị

Thuốc thử và thiết bị cần thiết đối với phương pháp đo stronti được quy định trong các Phụ lục A, Phụ lục B, Phụ lục C và Phụ lục D.

Tất cả các hóa chất thuốc thử được yêu cầu để tiến hành quy trình này phải đạt cấp độ tinh khiết phân tích.

6 Quy trình

6.1 Giải hấp stronti

Stronti được giải hấp ra khỏi phần mẫu đất thử bằng xử lý axit và giữ lại trong dung dịch trong phần ngâm chiết.

Chất đánh dấu hoặc chất mang được bổ sung vào khi bắt đầu của bước này; thời gian cho phép, thường đến một ngày, để thu được sự cân bằng trước khi bắt đầu giải hấp stronti.

Nếu stronti bền được thêm vào như là chất mang, nồng độ ban đầu của Sr cần được xác định trong mẫu thử ở bước này trước khi bổ sung chất mang.

Phương pháp giải hấp stronti đối với mẫu đất được nêu trong Phụ lục A.

6.2 Tách hóa học

Có ba kỹ thuật tách hóa học thông thường: Kết tủa^{[4], [5]} chiết pha lỏng – lỏng và chiết sắc ký sử dụng nhựa ete crown chọn lọc^{[6], [7], [8]}. Phụ lục B, Phụ lục C và Phụ lục D đưa ra quy trình cho từng kỹ thuật này.

6.2.1 Kết tủa

Kỹ thuật kết tủa phù hợp để tách tất cả các nguyên tố khoáng, kể cả stronti, trong mẫu đất có hàm lượng muối khoáng cao. Kỹ thuật này phù hợp nhưng không chọn lọc đối với stronti. Việc sử dụng lượng lớn axit nitric và các yêu cầu chờ cân bằng ytri làm hạn chế sử dụng kỹ thuật này.

Việc bổ sung axit nitric dẫn đến kết tủa stronti có chứa các nguyên tố gây nhiễu khác. Các chu trình kế tiếp nhau hòa tan-kết tủa làm giàu stronti trong kết tủa, trong khi ytri và các nguyên tố khác vẫn còn trong phần nổi phía trên. Phần lớn quy trình thông thường dẫn đến kết tủa SrCO_3 và được trình bày trong Phụ lục B.

Đối với quy trình đo ^{90}Sr và ^{90}Y tại trạng thái cân bằng, hoặc sự đóng góp tổng thể/toàn phần của ytri và stronti được đo trực tiếp trong kết tủa hoặc hoạt độ ytri có thể được đo sau khi lần tách cuối cùng ra khỏi stronti. Ở trường hợp sau, hiệu suất hóa học được ước lượng bằng cách thêm chất mang ytri vào nguồn trước khi tách ytri. Sản phẩm cuối cùng là kết tủa ytri, thường dưới dạng kết tủa oxalat. Phương pháp được trình bày trong Phụ lục B.

Trong trường hợp không có ^{89}Sr , ^{90}Sr được đo bằng cách đếm phát xạ beta của ^{90}Y hoặc của ^{90}Y và ^{90}Sr ở trạng thái cân bằng.

Khi lượng ^{89}Sr trong phần mẫu thử không thể bỏ qua, cần chọn kỹ thuật này cho phép đo trực tiếp stronti ở hai thời gian khác nhau.

6.2.2 Chiết pha lỏng-lỏng

Kỹ thuật này dựa trên quá trình chiết sử dụng dung môi hữu cơ ^{90}Y tại trạng thái cân bằng với hoạt độ phóng xạ của mẹ ^{90}Sr . Quá trình tách hóa học nhanh và đòi hỏi một số nguồn lực kỹ thuật. Kết quả tạm thời có thể đạt được sau ba ngày (khoảng một chu kỳ phân rã ytri). Tuy nhiên, tính chọn lọc toàn bộ của quá trình chiết không phải là luôn luôn đạt được. Khi hoạt độ phóng xạ tự nhiên ở mức cao, nhiễu có thể xảy ra, tạo khó khăn cho việc xác định mức hoạt độ rất thấp.

Phương pháp này rất phù hợp với trường hợp khẩn cấp và thường áp dụng cho tất cả các mẫu có hàm lượng nhân phóng xạ phát tia β thấp.

^{90}Y được chiết ra khỏi phần ngâm chiết sử dụng một dung môi hữu cơ ở dạng kết tủa ytri. Phương pháp này được trình bày ở Phụ lục C.

Sau khi chuẩn bị nguồn, ^{90}Y cần phải được đo bằng PC hoặc bằng cách đo bức xạ Cerenkov phát ra từ ^{90}Y , bằng LSC.

Trường hợp không có chất phát ra bức xạ β khác gây nhiễu được kiểm chứng trong quá trình phân rã ^{90}Y bằng cách đo, độ giảm trong tốc độ đếm ^{90}Y và, khi sự phân rã hoàn toàn, so sánh chúng với hoạt độ mức phòng nền.

6.2.3 Tách sắc ký trên nhựa “ete crown”

Kỹ thuật này được dựa trên tách sắc ký chọn lọc stronti sử dụng nhựa đặc trưng có ete đặc. Quá trình tách hóa học nhanh và phù hợp với thanh tra và giám sát môi trường.

Nguồn cuối cùng được đo là kết tủa stronti. Phương pháp được nêu trong Phụ lục D.

Đối với quy trình đo có ^{89}Sr và ^{90}Y ở trạng thái cân bằng, hoặc sự đóng góp tổng thể của ytri và stronti được đo trực tiếp trong kết tủa hoặc hoạt độ ytri có thể được đo sau khi lần tách cuối cùng ra khỏi stronti. Ở trường hợp sau, hiệu suất hóa học được ước lượng bằng cách thêm chất mang ytri vào nguồn trước khi tách ytri. Sản phẩm cuối cùng là kết tủa ytri, thường dưới dạng kết tủa oxalat. Phương pháp được trình bày trong Phụ lục B.

Trong trường hợp không có ^{89}Sr , ^{90}Sr được đo bằng cách đếm phát xạ beta của ^{90}Y hoặc của ^{90}Y và ^{90}Sr ở trạng thái cân bằng.

Khi lượng ^{89}Sr trong phần mẫu thử không thể bỏ qua, cần chọn kỹ thuật này cho phép đo trực tiếp stronti ở hai thời gian khác nhau.

6.3 Chuẩn bị nguồn đo

6.3.1 Chuẩn bị nguồn cho máy đếm nhấp nháy lỏng

Máy đếm nhấp nháy lỏng (LSC) đo trực tiếp photo tạo ra do dung dịch nhấp nháy trong chất lỏng do kết quả của quá trình kích hoạt gây ra bởi nguồn phát xạ β .

Kết tủa Sr và Y được hòa tan và trộn đều với dung dịch nhấp nháy lỏng. Thể tích dung dịch tùy thuộc vào thiết bị (cỡ lọ) và dung dịch nhấp nháy lỏng đặc trưng được dùng. (Xem một phương pháp trong Phụ lục C).

Nguồn hiệu chuẩn cần được chuẩn bị từ một lượng đã biết (^{89}Sr , ^{89}Sr , $^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$ hoặc ^{90}Y) với cùng một cấu tạo hình học và thành phần hóa học như giống như nguồn được đo. Các phương pháp cho phép hiệu chuẩn với nhân phóng xạ khác nhau là có sẵn [9].

Nguồn trắng cần phải được chuẩn bị theo phương pháp đã chọn bắt đầu với phần mẫu thử không có ^{90}Sr (hoặc trực tiếp với nước cất).

6.3.2 Chuẩn bị nguồn đối với máy đếm tỉ lệ

Máy đếm tỉ lệ đo trực tiếp phát xạ tia β từ nguồn được chuẩn bị từ lắng đọng một lớp mỏng để giảm thiểu hiệu ứng tự hấp thụ.

Kết tủa Sr và Y được lắng đọng trên giấy lọc bằng cách lọc hoặc làm bay hơi trực tiếp trên đĩa thép không gỉ (xem Phụ lục C).

Đường kính của giấy lọc hoặc đĩa phải tương tự như cỡ của detector.

Nguồn hiệu chuẩn cần được chuẩn bị từ một lượng chất đánh dấu đã biết (^{90}Sr , ^{89}Sr , $^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$ hoặc ^{90}Y) với cùng một cấu tạo hình học và thành phần hóa học như giống như nguồn được đo.

Nguồn trắng cần phải được chuẩn bị theo phương pháp đã chọn bắt đầu với phân mẫu thử không có ^{90}Sr (hoặc trực tiếp với nước cất).

6.4 Xác định phòng nền

Đo phòng nền sử dụng một nguồn trắng đã được chuẩn bị cho phương pháp được chọn.

6.5 Đo

Điều kiện thiết bị được sử dụng phải như nhau đối với phép đo mẫu, phòng nền và nguồn hiệu chuẩn.

Thời gian đếm tùy thuộc vào tỉ lệ đếm mẫu và phòng nền và giới hạn phát hiện yêu cầu và ngưỡng quyết định.

Khi đánh giá hoạt độ ^{90}Sr bằng phép đo với ^{90}Y ở trạng thái cân bằng, có hai trường hợp xảy ra

- Sự xuất hiện ^{89}Sr có thể bỏ qua và đóng góp tương ứng của ^{90}Y ở trạng thái cân bằng với ^{90}Y có thể được đánh giá sử dụng LSC.
- Sự xuất hiện của ^{89}Sr không thể bỏ qua, trong trường hợp đó cần đo stronti ở hai thời điểm khác nhau để ước tính hoạt độ ^{90}Sr qua sự phân rã của nó.

6.5.1 Máy đếm nhấp nháy lỏng

LSC đo trực tiếp photon được sinh ra để kích hoạt dung dịch nhấp nháy lỏng do các hạt phát tia β . Ưu điểm của phương pháp này là khả năng năng lượng các hạt phát tia β đặc biệt, cho phép kiểm tra sự xuất hiện của các chất nhiễm xạ beta khác trong nguồn.

Khi đánh giá hoạt độ ^{90}Sr bằng phép đo ^{90}Y , nếu có một lượng nhỏ ^{90}Sr không thể loại bỏ, tốt hơn nên đo bức xạ Cerekov từ ^{90}Y , vì có thể bỏ qua ^{90}Sr .

6.5.2 Máy đếm tỉ lệ dòng khí

Máy đếm tỉ lệ dòng khí đo trực tiếp bức xạ β từ nguồn, không phân biệt năng lượng, thường được chuẩn bị như lắng đọng lớp mỏng.

Sử dụng cửa sổ kép (α và β) trong kiểu máy đếm này cho phép kiểm tra các chất nhiễm xạ phát tia alpha trong nguồn được đo. Nếu có chất phát β bán rã ngắn khác, chúng có thể được phát hiện bằng phép đo nguồn thực hiện liên tiếp tại thời điểm đã chọn.

Khi đánh giá hoạt độ ^{90}Sr bằng phép đo ^{90}Y , nếu sự có một lượng nhỏ ^{90}Sr không thể loại bỏ, thì sự có mặt của nó có thể được phát hiện bằng phép đo liên tiếp về tính năng.

6.6 Hiệu chuẩn

Quy trình hiệu chuẩn máy đếm được thực hiện như sau:

- Lựa chọn t_s để thu được ít nhất 10^4 số đếm.
- Xác định tốc độ đếm beta của nguồn hiệu chuẩn được chuẩn bị từ một lượng đã biết chất đánh dấu (^{90}Sr , ^{89}Sr , $^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$ hoặc ^{90}Y) với cùng một hình học và thành phần hóa học như nguồn được đo.
- Tính hiệu suất đếm của máy đếm bằng cách chia tốc độ đếm đo được cho hoạt độ của nguồn hiệu chuẩn, theo Công thức (1):

$$\varepsilon_i = (r_s - r_0) / A_i \quad (1)$$

7 Biểu thị kết quả

7.1 Xác định ^{90}Sr cân bằng với ^{90}Y

7.1.1 Tính hoạt độ trên một đơn vị khối lượng

Hoạt độ trên một đơn vị khối lượng trong mẫu nguồn khi ^{90}Y được tách hoàn toàn khỏi nhân mẹ ^{90}Sr không thể được đánh giá lại cho đến khi nhân con ^{90}Y tăng trở lại và cân bằng với nhân mẹ ^{90}Sr . Hiện tượng này xảy ra từ 15 ngày đến 20 ngày kể từ thời điểm $t = 0$, trong đó $t = 0$ là thời gian mà tại đó tất cả ^{90}Y đã được loại bỏ khỏi mẫu.

Kết quả của phép đo đưa ra số đếm tổng từ $^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$. Chia số đếm tổng cho thời gian đếm cho tốc độ đếm tổng, r_g .

CHÚ THÍCH Để áp dụng phương pháp này, cần bỏ qua ^{89}Sr có chứa trong mẫu thử.

Tốc độ đếm tổng cần phải được hiệu chỉnh bằng tốc độ đếm phòng nền, r_0 thu được từ phép đo nguồn trắng.

Hoạt độ trên một đơn vị khối lượng của $^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$, $a_{\text{Sr}+\text{Y}}$ có thể được tính theo Công thức (2):

$$a_{\text{Sr}+\text{Y}} = \frac{r_g - r_0}{m \cdot R_{\text{c},\text{Sr}} \cdot \varepsilon_{\text{Sr}+\text{Y}}} \quad (2)$$

Hoạt độ trên một đơn vị khối lượng của ^{90}Sr , có thể được tính theo Công thức (3):

$$a_{^{90}\text{Sr}} = \frac{a_{\text{Sr}+\text{Y}}}{2} = \frac{r_g - r_0}{2 \cdot m \cdot R_{\text{c},\text{Sr}} \cdot \varepsilon_{\text{Sr}+\text{Y}}} = (r_g - r_0) \cdot w_{^{90}\text{Sr}} \quad \text{Với } w_{^{90}\text{Sr}} = \frac{1}{2 \cdot m \cdot R_{\text{c},\text{Sr}} \cdot \varepsilon_{\text{Sr}+\text{Y}}} \quad (3)$$

7.1.2 Độ không đảm bảo chuẩn

Theo TCVN 9595-3 (ISO/IEC Guide 98-3) ^[13], cũng được biết như GUM, độ không đảm bảo chuẩn của a_{90Sr} được tính theo Công thức (4):

$$u(a_{90Sr}) = \sqrt{w_{90Sr}^2 \cdot [u^2(r_g) + u^2(r_0)] + a_{90Sr}^2 \cdot u_{rel}^2(w_{90Sr})} = \sqrt{w_{90Sr}^2 \cdot (r_g/t_g + r_0/t_0) + a_{90Sr}^2 \cdot u_{rel}^2(w_{90Sr})} \quad (4)$$

Trong đó độ không đảm bảo của mẫu và thời gian đếm phòng nền có thể bỏ qua.

Độ không đảm bảo chuẩn tương đối w được tính theo Công thức (5):

$$u_{rel}^2(w_{90Sr}) = u_{rel}^2(R_{c,Sr}) + u_{rel}^2(m) + u_{rel}^2(\varepsilon_{Sr+Y}) \quad (5)$$

Độ không đảm bảo chuẩn tương đối của ε_{Sr+Y} được tính theo Công thức (6):

$$u_{rel}^2(\varepsilon_{Sr+Y}) = u_{rel}^2(r_s - r_0) + u_{rel}^2(A_{Sr+Y}) = (r_s/t_s + r_0/t_0)/(r_s - r_0)^2 + u_{rel}^2(A_{Sr+Y}) \quad (6)$$

$u_{rel}^2(A_{Sr+Y})$ bao gồm tất cả độ không đảm bảo đo có liên quan đến nguồn hiệu chuẩn, nghĩa là độ không đảm bảo của dung dịch chuẩn và chuẩn bị nguồn hiệu chuẩn.

$u_{rel}(R_{c,Sr})$ là độ không đảm bảo liên quan đến hiệu suất hóa học, phụ thuộc vào phương pháp đánh giá chúng.

Để tính giới hạn phát hiện, cần tính $\tilde{u}(\tilde{a}_{90Sr})$, nghĩa là độ không đảm bảo chuẩn của a_{90Sr} (xem ISO 11929^[12]) là hàm số của giá trị thực của nó, theo Công thức (7):

$$\tilde{u}(\tilde{a}_{90Sr}) = \sqrt{w_{90Sr}^2 \cdot [(\tilde{a}_{90Sr}/w_{90Sr} + r_0)/t_g + r_0/t_0] + \tilde{a}_{90Sr}^2 \cdot u_{rel}^2(w_{90Sr})} \quad (7)$$

7.1.3 Ngưỡng quyết định

Ngưỡng quyết định, a_{90Sr} thu được từ Công thức (7) với $\tilde{a}_{90Sr} = 0$ (Xem ISO 11929) để được Công thức (8):

$$a_{90Sr}^* = k_{1-\alpha} \cdot \tilde{u}(0) = k_{1-\alpha} \cdot w_{90Sr} \cdot \sqrt{r_0/t_g + r_0/t_0} \quad (8)$$

$\alpha = 0,05$ với $k_{1-\alpha} = 1,65$ thường được chọn mặc định.

7.1.4 Giới hạn phát hiện

Giới hạn phát hiện $a_{90Sr}^\#$ được tính theo Công thức (9) (xem ISO 11929):

$$a_{90Sr}^\# = a_{90Sr}^* + k_{1-\beta} \cdot \tilde{u}(a_{90Sr}^\#) = a_{90Sr}^* + k_{1-\beta} \cdot \sqrt{w_{90Sr}^2 \cdot \left[\left(\frac{a_{90Sr}^\#}{w_{90Sr}} + r_0 \right) / t_g + r_0/t_0 \right] + a_{90Sr}^{\#2} \cdot u_{rel}^2(w_{90Sr})} \quad (9)$$

$\beta = 0,05$ với $k_{1-\beta} = 1,65$ thường được chọn mặc định.

Giới hạn phát hiện có thể được tính bằng cách giải Công thức (9) đối với $a_{\infty Sr}^{\#}$ hoặc, đơn giản hơn, bằng cách lặp lại với phép tính xấp xỉ $a_{\infty Sr}^{\#} = 2 \cdot a_{\infty Sr}^*$.

Khi lấy $\alpha = \beta$, $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$ và giải Công thức (9) được Công thức (10):

$$a_{\infty Sr}^{\#} = \frac{2 \cdot a_{\infty Sr}^* + (k^2 \cdot w_{\infty Sr}) / t_g}{1 - k^2 \cdot u_{rel}^2(w_{\infty Sr})} \quad (10)$$

7.2 Xác định ^{90}Sr từ ^{90}Y

7.2.1 Tính hoạt độ trên một đơn vị khối lượng

^{90}Y được đo ngay sau khi quá trình tách nó trong phần mẫu thử khi Sr và Y trong điều kiện cân bằng, $t = 0$ là thời điểm khi ^{90}Y được tách ra khỏi ^{90}Sr và bắt đầu phân rã với thời gian bán rã bằng 2,7 ngày

Kết quả của phép đo đưa ra số đếm tổng từ ^{90}Y chia cho thời gian đếm với tốc độ đếm tổng, r_g .

Tốc độ đếm tổng cần phải được hiệu chỉnh bằng tốc độ đếm phòng nền, r_0 thu được từ phép đo nguồn trắng.

Hoạt độ trên một đơn vị khối lượng của ^{90}Y , a_Y tại thời điểm $t = 0$ được tính theo Công thức (11):

$$a_Y = \frac{r_g \cdot t_g - r_0 \cdot t_0}{\varepsilon_Y \cdot m \cdot R_c \cdot \int_{t_d}^{t_g} e^{-\lambda_Y t} \cdot dt} = (r_g - r_0) \cdot w_Y \quad \text{với } w_Y = \frac{\lambda_Y \cdot t_g}{(e^{-\lambda_Y t_d} - e^{-\lambda_Y t_g})} \cdot \frac{1}{\varepsilon_Y \cdot m \cdot R_c} \quad (11)$$

Thiếu hụt cho phép hiệu chỉnh đối với hoạt độ của ^{90}Y phân rã trong thời gian đếm ($t_g = t_f - t_d$) và hoạt độ trên đơn vị khối lượng của ^{90}Sr được tính theo Công thức (12):

$$a_{\infty Sr} = a_Y = (r_g - r_0) \cdot w_Y \quad (12)$$

7.2.2 Độ không đảm bảo chuẩn

Theo TCVN 9595-3 (ISO/IEC Guide 98-3) [13], độ không đảm bảo chuẩn của $a_{\infty Sr}$ được tính theo Công thức (13):

$$u(a_{\infty Sr}) = \sqrt{w_Y^2 \cdot [u^2(r_g) + u^2(r_0)] + a_{\infty Sr}^2 \cdot u_{rel}^2(w_Y)} = \sqrt{w_Y^2 \cdot (r_g / t_g + r_0 / t_0) + a_{\infty Sr}^2 \cdot u_{rel}^2(w_Y)} \quad (13)$$

Trong đó độ không đảm bảo của mẫu và thời gian đếm phòng nền có thể bỏ qua.

Độ không đảm bảo chuẩn tương đối w được tính theo Công thức (14):

$$u_{rel}^2(w_Y) = u_{rel}^2(R_c) + u_{rel}^2(m) + u_{rel}^2(\varepsilon_Y) \quad (14)$$

Độ không đảm bảo chuẩn tương đối của ε_Y được tính theo Công thức (15):

$$u_{\text{rel}}^2(\varepsilon_Y) = u_{\text{rel}}^2(r_S - r_0) + u_{\text{rel}}^2(A_Y) = (r_S/t_S + r_0/t_0)/(r_S - r_0)^2 + u_{\text{rel}}^2(A_Y) \quad (15)$$

$u_{\text{rel}}^2(A_Y)$ bao gồm tất cả độ không đảm bảo đo có liên quan đến nguồn hiệu chuẩn, nghĩa là độ không đảm bảo của dung dịch chuẩn và chuẩn bị nguồn hiệu chuẩn.

$u_{\text{rel}}(R_C)$ là độ không đảm bảo liên quan đến hiệu suất hóa học, phụ thuộc vào phương pháp đánh giá chúng.

Trong đó $u_{\text{rel}}^2(R_{C,Sr})$ và $u_{\text{rel}}^2(R_{C,Y})$ là độ không đảm bảo tương đối bình phương của hiệu suất hóa học của stronti và yttri, phụ thuộc vào phương pháp đánh giá chúng.

Để tính giới hạn phát hiện, cần tính $\tilde{u}(\tilde{a}_{90Sr})$, nghĩa là độ không đảm bảo chuẩn của a_{90Sr} (xem ISO 11929^[12]) là hàm số của giá trị thực của nó, theo Công thức (17):

$$\tilde{u}(\tilde{a}_{90Sr}) = \sqrt{w_Y^2 \cdot [(\tilde{a}_{90Sr}/w_Y + r_0)/t_S + r_0/t_0] + \tilde{a}_{90Sr}^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(w_Y)} \quad (17)$$

7.2.3 Ngưỡng quyết định

Ngưỡng quyết định, a_{90Sr} thu được từ Công thức (17) với $\tilde{a}_{90Sr} = 0$ (Xem ISO 11929) để được Công thức (18):

$$a_{90Sr}^* = k_{1-\alpha} \cdot \tilde{u}(0) = k_{1-\alpha} \cdot w_Y \cdot \sqrt{r_0/t_S + r_0/t_0} \quad (18)$$

$\alpha = 0,05$ với $k_{1-\alpha} = 1,65$ thường được chọn mặc định.

7.2.4 Giới hạn phát hiện

Giới hạn phát hiện $a_{90Sr}^{\#}$ được tính theo Công thức (19) (xem ISO 11929):

$$a_{90Sr}^{\#} = a_{90Sr}^* + k_{1-\beta} \cdot \tilde{u}\left(a_{90Sr}^{\#}\right) = a_{90Sr}^* + k_{1-\beta} \cdot \sqrt{w_Y^2 \left[\left(a_{90Sr}^{\#} / w_Y + r_0 \right) / t_S + r_0 / t_0 \right] + a_{90Sr}^{\#2} \cdot u_{\text{rel}}^2(w_Y)} \quad (19)$$

$\beta = 0,05$ với $k_{1-\beta} = 1,65$ thường được chọn mặc định.

Giới hạn phát hiện có thể được tính bằng cách giải Công thức (19) đối với $a_{90Sr}^{\#}$ hoặc, đơn giản hơn, bằng cách lặp lại với phép tính xấp xỉ $a_{90Sr}^{\#} = 2 \cdot a_{90Sr}^*$

Khi lấy $\alpha = \beta$, $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$ và giải Công thức (19) được Công thức (20):

$$a_{90Sr}^{\#} = \frac{2 \cdot a_{90Sr}^* + (k^2 \cdot w_Y) / t_S}{1 - k^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(w_Y)} \quad (20)$$

7.3 Xác định ^{90}Sr khi có ^{89}Sr và ^{90}Sr cân bằng với ^{90}Y

7.3.1 Tính hoạt độ trên đơn vị-khối lượng

Phương pháp này được dựa trên những thực hiện của hai phép đo nguồn giống nhau tại hai thời điểm khác nhau, t_1 và t_2 sau khi thời gian $t = 0$, thời điểm tách Y có trong phần mẫu thử. Thời gian đếm như nhau t_g nên được dùng cho cả hai phép đo. Tốc độ đếm thực, r_i của các phép đo này có thể được tính từ tốc độ đếm tổng, r_{gt} , và tốc độ đếm phóng nền, r_{0i} theo Công thức (21)

$$r_i = r_{gt} - r_{0i} \quad (21)$$

Nếu phép đo được thực hiện khi đạt được trạng thái cân bằng giữa ^{90}Sr và ^{90}Y , thì tốc độ đếm thực có thể được tính sử dụng Công thức (22) và (23), có xem xét đến hoạt độ của ^{90}Sr và ^{89}Sr là không đổi trong suốt thời gian đếm, và sử dụng hằng số phân rã phù hợp:

$$r_1 = 2.A_{^{90}\text{Sr}}.\varepsilon_{^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}} + \varepsilon_{^{89}\text{Sr}}.A_{^{89}\text{Sr}}.e^{-\lambda_{^{89}\text{Sr}}.t_1} \quad (22)$$

$$r_2 = 2.A_{^{90}\text{Sr}}.\varepsilon_{^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}} + \varepsilon_{^{89}\text{Sr}}.A_{^{89}\text{Sr}}.e^{-\lambda_{^{89}\text{Sr}}.t_2} \quad (23)$$

Công thức (22) và (23) có thể được sắp xếp lại thành Công thức (24) và (25):

$$A_{^{90}\text{Sr}} = \frac{r_2 - r_1 e^{-\lambda_{^{89}\text{Sr}}.(t_2-t_1)}}{2\varepsilon_{^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}} [1 - e^{-\lambda_{^{89}\text{Sr}}.(t_2-t_1)}]} \quad (24)$$

$$A_{^{89}\text{Sr}} = \frac{(r_1 - r_2) e^{+\lambda_{^{89}\text{Sr}}.t_1}}{2\varepsilon_{^{89}\text{Sr}} [1 - e^{-\lambda_{^{89}\text{Sr}}.(t_2-t_1)}]} \quad (25)$$

Hoạt độ trên một đơn vị khối lượng, a_i , của nhân phóng xạ i được tính sử dụng Công thức (26)

$$a_i = A_i / m.R_{C,Sr} \quad (26)$$

Do đó

$$a_{^{90}\text{Sr}} = w_{90}.(r_2 - cr_1) \quad (27)$$

Trong đó

$$w_{90} = \frac{1}{m.R_{C,Sr}.2.\varepsilon_{^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}}.(1-c)} \quad (28)$$

$$c = e^{-\lambda_{^{89}\text{Sr}}.(t_2-t_1)} \quad (29)$$

Và

$$a_{^{89}\text{Sr}} = w_{89}.(r_2 - r_1) \quad (30)$$

Trong đó

$$w_{89} = \frac{e^{-A_{89, Sr} \cdot t}}{m \cdot R_{c, Sr} \cdot 2 \cdot \varepsilon_{89, Sr} \cdot (c-1)} \quad (31)$$

$$c = e^{-A_{89, Sr} \cdot (t_2 - t_1)} \quad (32)$$

7.3.2 Độ không đảm bảo chuẩn

Khi phép đo được tiến hành trong điều kiện cân bằng và theo TCVN 9595-3 (ISO/IEC Guide 98-3), độ không đảm bảo chuẩn của a_i được tính theo Công thức (33) và (34):

$$u(a_{\infty, Sr}) = \sqrt{w_{90}^2 \cdot [u^2(r_2) + c^2(r_1)] + a_{\infty, Sr}^2 \cdot u_{rel}^2(w_{90})} \quad (33)$$

$$u(a_{89, Sr}) = \sqrt{w_{89}^2 \cdot [u^2(r_1) + c^2(r_2)] + a_{89, Sr}^2 \cdot u_{rel}^2(w_{89})} \quad (34)$$

Giả thiết $u^2(c) = 0$, độ không đảm bảo chuẩn tương đối của r_i được tính theo Công thức (35):

$$u^2(r_i) = r_{gi}^2 / t_g + r_{0i}^2 / t_0 \quad (35)$$

Độ không đảm bảo chuẩn tương đối w được tính theo Công thức (36 và (37):

$$u_{rel}^2(w_{90}) = u_{rel}^2(R_{c, Sr}) + u_{rel}^2(m) + u_{rel}^2(\varepsilon_{90, Sr+Y}) \quad (36)$$

$$u_{rel}^2(w_{89}) = u_{rel}^2(R_{c, Sr}) + u_{rel}^2(m) + u_{rel}^2(\varepsilon_{89, Sr}) \quad (37)$$

Độ không đảm bảo chuẩn tương đối của ε_i được tính theo Công thức (38):

$$u_{rel}^2(\varepsilon_i) = u_{rel}^2(r_s - r_0) + u_{rel}^2(A_i) = (r_s / t_s + r_0 / t_0) / (r_s - r_0)^2 + u_{rel}^2(A_i) \quad (38)$$

$u_{rel}^2(A_i)$ bao gồm tất cả độ không đảm bảo đo có liên quan đến nguồn hiệu chuẩn, nghĩa là độ không đảm bảo của dung dịch chuẩn và chuẩn bị nguồn hiệu chuẩn.

$u_{rel}(R_{c, Sr})$ là độ không đảm bảo liên quan đến hiệu suất hóa học, phụ thuộc vào phương pháp đánh giá chúng.

Để tính giới hạn phát hiện, cần tính $\tilde{u}(\tilde{a}_i)$, nghĩa là độ không đảm bảo chuẩn của a_i (xem ISO 11929^[12]) là hàm số của giá trị thực của nó, được tính^[10] theo Công thức (39) và (40):

$$\tilde{u}(\tilde{a}_{\infty, Sr}) = \sqrt{w_{90}^2 \cdot \left[(r_{02} + c^2 r_{01}) \left(\frac{1}{t_0} + \frac{1}{t_g} \right) + \frac{1+c^2}{t_g(1-c)} \left(\frac{\tilde{a}_{90, Sr}}{w_{90}} - \frac{a_{89, Sr}}{w_{89}} \right) + \frac{a_{89, Sr}}{w_{89} t_g} \right] + \tilde{a}_{\infty, Sr}^2 \cdot u_{rel}^2(w_{90})} \quad (39)$$

$$\tilde{u}(\tilde{a}_{90Sr}) = \sqrt{w_{89}^2 \cdot \left[(r_{01} + r_{02}) \left(\frac{1}{t_0} + \frac{1}{t_g} \right) + \frac{2}{t_g(1-c)} \left(\frac{a_{90Sr}}{w_{90}} - \frac{\tilde{a}_{90Sr}}{t_g w_{89}} \right) + \frac{\tilde{a}_{90Sr}}{w_{89} t_g} \right] + \tilde{a}_{90Sr}^2 \cdot u_{rel}^2(w_{89})} \quad (40)$$

7.3.3 Ngưỡng quyết định

Ngưỡng quyết định, a_i^* thu được từ Công thức (39) và (40) với $\tilde{a}_i = 0$ (Xem ISO 11929) để được Công thức (41 và (42):

$$a_{90Sr}^* = k_{1-\alpha} \cdot \tilde{u}(0) = k_{1-\alpha} \cdot w_{90} \cdot \sqrt{(r_{02} + c^2 r_{01}) \left(\frac{1}{t_0} + \frac{1}{t_g} \right) + \frac{c \cdot (c+1)}{(c-1)} \frac{a_{90Sr}}{t_g w_{89}}} \quad (41)$$

$$a_{90Sr}^* = k_{1-\alpha} \cdot \tilde{u}(0) = k_{1-\alpha} \cdot w_{89} \cdot \sqrt{(r_{01} + r_{02}) \left(\frac{1}{t_0} + \frac{1}{t_g} \right) + \frac{2}{t_g(1-c)} \frac{a_{90Sr}}{w_{90}}} \quad (42)$$

$\alpha = 0,05$ với $k_{1-\alpha} = 1,65$ thường được chọn mặc định.

7.3.4 Giới hạn phát hiện

Giới hạn phát hiện $a_i^{\#}$ được tính theo Công thức (43):

$$a_{90Sr}^{\#} = a_{90Sr}^* + k_{1-\beta} \cdot \tilde{u} \left(\frac{a_{90Sr}^{\#}}{a_{90Sr}} \right) = a_{90Sr}^* + k_{1-\beta} \cdot \sqrt{w_Y^2 \cdot \left[\left(\frac{a_{90Sr}^{\#}}{a_{90Sr}} \cdot \frac{1}{w_Y} + r_0 \right) / t_g + r_0 / t_0 \right] + a_{90Sr}^{\#2} \cdot u_{rel}^2(w_Y)} \quad (43)$$

$\beta = 0,05$ với $k_{1-\beta} = 1,65$ thường được chọn mặc định.

Giới hạn phát hiện có thể được tính bằng cách giải Công thức (43) đối với $a_i^{\#}$ hoặc, đơn giản hơn, bằng cách lặp lại với phép tính xấp xỉ $a_i^{\#} = 2 \cdot a_i^*$

Khi lấy $\alpha = \beta$, $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$ và giải Công thức (43) được Công thức (44) và (45):

$$a_{90Sr}^{\#} = \frac{2 \cdot a_{90Sr}^* + k^2 \cdot w_{90} (1 + c^2) / t_g (1 - c)}{1 - k^2 \cdot u_{rel}^2(w_{90})} \quad (44)$$

$$a_{90Sr}^{\#} = \frac{2 \cdot a_{90Sr}^* + k^2 \cdot w_{89} (1 + c) / t_g (c - 1)}{1 - k^2 \cdot u_{rel}^2(w_{89})} \quad (45)$$

7.4 Giới hạn tin cậy

Các giá trị của giới hạn dưới, $a_i^<$, và trên, $a_i^>$, được tính theo Công thức (46) và (47) (xem ISO 11929):

$$a_i^< = a_i - k_p \cdot u(a_i); \quad p = \omega \cdot (1 - \gamma / 2) \quad (46)$$

$$a_i^> = a_i + k_q \cdot u(a_i); \quad q = 1 - \omega \cdot \gamma / 2 \quad (47)$$

Trong đó

$\omega = \Phi[y/u(y)]$, trong đó Φ là hàm phân bố của phân bố chuẩn chuẩn hóa.

Đặt $\omega = 1$ nếu $a_i \geq 4 \cdot u(a_i)$. Trong trường hợp này, Công thức (48) :

$$a_i^{<P>} = a_i \pm k_{1-\gamma/2} \cdot u(a_i) \quad (48)$$

$\gamma = 0,05$ với $k_{1-\gamma/2} = 1,96$ thường được chọn mặc định.

8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải tuân thủ các qui định của TCVN ISO/IEC 17025. Báo cáo thử phải bao gồm các thông tin sau:

- Viện dẫn tiêu chuẩn này [TCVN 10758-5:2016(ISO 18589-6:2009)]
- Tất cả các thông tin để nhận dạng mẫu;
- Các đơn vị để biểu thị kết quả;
- Kết quả thử, $a_i \pm u(a_i)$ hoặc $a_i \pm U$, với giá trị k liên đới.

Có thể đưa ra các thông tin bổ sung như:

- Xác suất, α, β và $(1 - \gamma)$;
- Ngưỡng quyết định và giới hạn phát hiện;

Tùy thuộc vào yêu cầu của khách hàng, có những cách khác nhau để thể hiện kết quả:

- Nếu nồng độ hoạt độ phóng xạ, a_i , được so sánh với ngưỡng quyết định (xem ISO 11929) thì kết quả của phép đo cần phải thể hiện là $\leq a_i^*$ nếu kết quả thấp hơn ngưỡng quyết định;
- Nếu nồng độ hoạt độ phóng xạ, c_A , được so sánh với giới hạn phát hiện, kết quả của phép đo cần phải thể hiện $\leq a_i^{\#}$ nếu kết quả thấp hơn giới hạn phát hiện.

Nếu giới hạn phát hiện vượt quá giá trị hướng dẫn, thì phải lập thành tài liệu là phương pháp đo không phù hợp với mục đích của phép đo.

- Mọi thông tin liên quan có thể ảnh hưởng đến kết quả.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Chuẩn bị mẫu thử

A.1 Nguyên lý

Hàm lượng stronti trong phần mẫu đất thử có thể được chiết bằng cách phá mẫu đơn giản dùng axit nitric.

A.2 Thuốc thử

A.2.1 Chất mang Sr^{+2} , chất đánh dấu ^{89}Sr hoặc chất mang kim loại Y

A.2.2 Axit nitric, loãng, $c(\text{HNO}_3) = 8 \text{ mol/L}$

A.2.3 Hydro peroxit, $w(\text{H}_2\text{O}_2) = 30 \%$

A.2.4 Natri nitrit (NaNO_2).

A.3 Thiết bị, dụng cụ

A.3.1 Cân phân tích, độ chính xác 0,1 mg

A.3.2 Bếp điện

A.3.3 Máy ly tâm và ống ly tâm

A.3.4 Lò nung

A.4 Quy trình

Quy trình này, dựa trên một chu kỳ ngâm chiết axit và sấy khô bay hơi, bao gồm các bước sau

- Cân khoảng từ 0,1 g đến 50 g mẫu thử được chuẩn bị phù hợp với TCVN 10758-2 (ISO 18589-2). Khối lượng của phần mẫu thử tùy thuộc vào hoạt tính dự kiến của mẫu, giới hạn phát hiện yêu cầu và phương pháp lựa chọn.
- Thêm chính xác 10 mL HNO_3 (A.2.2) cho một gam mẫu.
- Thêm chất đánh dấu hoặc chất mang (A.2.1) và khuấy cho đồng nhất.
- Đợi một ngày.
- Phá mẫu trên bếp điện (A.3.2) trong ít nhất 8 h và thêm liên tục H_2O_2 (A.2.3).
- Chuyển mẫu vào ống ly tâm (A.3.3) và ly tâm. Giữ lại phần nổi phía trên.

CHÚ THÍCH Có thể lọc mẫu khi mẫu đã nguội, sử dụng cái lọc sợi thủy tinh thay cho việc ly tâm.

- g) Tráng cốc thủy tinh bằng HNO_3 (A.2.2), cho vào cùng ống, lắc và ly tâm. Thêm phần dung dịch nổi đã giữ lại ở bước e). Lặp lại quy trình cho đến khi phần nổi phía trên trong suốt.
- h) Làm bay hơi phần nổi phía trên cho đến khô kiệt
- i) Thêm 50 mL HNO_3 (A.2.2).
- j) Thêm 0,6 g NaNO_2 (A.2.4), đun nóng để loại bỏ khói nitơ, sau đó để nguội.

Mẫu đã sẵn sàng cho việc tách hóa phóng xạ.

Quá trình tạo dung dịch có thể được tiến hành sử dụng thiết bị phá mẫu bằng vi sóng. Các điều kiện vận hành cho từng hệ thống phải được điều chỉnh cho từng loại thiết bị được dùng và đặc tính của đất được phá mẫu.

Phụ lục B

(Tham khảo)

Đo stronti bằng kết tủa**B.1 Nguyên lý**

Stronti được kết tủa bằng cách thêm axit nitric. Ytri và các nguyên tố gây nhiễu khác được loại bỏ bằng kết tủa hydroxyt sau khi kết tủa bằng bari cromat. Sản phẩm cuối cùng, kết tủa stronti cacbonat, có thể được đo bằng cách đếm tỉ lệ hoặc bằng cách đếm nhấp nháy lỏng sau khi được hòa tan. Cách khác, tách ytri khi chúng đạt được trạng thái cân bằng, ra khỏi stronti bằng kết tủa dưới dạng oxalat và sau đó đo bằng PC hoặc PSC.

Khối lượng của phần mẫu thử cần phải được xem xét về hoạt độ của mẫu dự kiến và giới hạn phát hiện mong muốn. Quy trình trình bày trong Điều B.4 áp dụng cho mẫu đất từ 1 g đến 50 g.

B.2 Thuốc thử**B.2.1** Nước đã loại khoáng**B.2.2** Amon, đậm đặc, $w(\text{NH}_4\text{OH}) = 25 \%$ **B.2.3** Axit nitric, đậm đặc, $w(\text{HNO}_3) = 65 \%$ **B.2.4** Axit nitric, loãng, $c(\text{HNO}_3) = 8 \text{ mol/L}$.**B.2.5** Axit nitric, loãng, $c(\text{HNO}_3) = 2,5 \text{ mol/L}$ **B.2.6** Natri cromat, dung dịch, $c(\text{Na}_2\text{CrO}_4) = 1 \text{ mol/L}$.**B.2.7** Natri cacbonat (Na_2CO_3).**B.2.8** Dung dịch chất mang Fe^{+3} (20 mg/mL), $w(\text{FeCl}_3) = 30 \%$ **B.2.9** Bari axetat (BaAc), dung dịch**B.2.10** Axit clohydric, đậm đặc, $w(\text{HCl}) = 37 \%$.**B.2.11** Axit oxalic, dung dịch bão hòa ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 140 \text{ g/L}$)**B.2.12** Dung dịch nhấp nháy**B.2.13** Dung dịch chất mang ytri (20 mg/mL trong HNO_3 0,1 mol/L) (chỉ dùng trong trường hợp tách Y)**B.2.14** Metanol hoặc etanol**B.2.15** Natri cacbonat, $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,1 \text{ mol/L}$.**B.2.16** Amoni, loãng, 1 %

B.3 Thiết bị, dụng cụ**B.3.1 Thiết bị dụng cụ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn****B.3.2 Cân phân tích, độ chính xác 0,1 mg****B.3.3 Lò****B.3.4 Lò nung****B.3.5 Bếp điện, có thể kiểm soát được nhiệt độ và khuấy từ****B.3.6 pH met****B.3.7 Máy ly tâm và ống ly tâm**

B.3.8 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS) hoặc máy quang phổ phát xạ nguyên tử (ICP-AES) hoặc máy khối phổ plasma cặp cảm ứng (ICP-MS) hoặc máy quang phổ gamma.

B.3.9 Máy đếm tỉ lệ hoặc máy đếm nhấp nháy lỏng

B.3.10 Thiết bị lọc, cái lọc làm bằng sợi thủy tinh hoặc xenlulo có đường kính, ví dụ 5,5 cm và 2,8 cm.

Đường kính của cái lọc chỉ dùng để cung cấp thông tin, và phải phù hợp với thiết bị lọc và đặc tính hình học của máy đếm được dùng).

B.3.11 Cái lọc, xenlulo và sợi thủy tinh.**B.3.12 Phễu, Buchner****B.3.13 Đèn, hồng ngoại****B.3.14 Bình hút ẩm**

B.3.15 Đĩa thử, làm bằng thép không gỉ, có đường kính tương thích với đặc tính hình học của máy đếm hoặc lọ polyetylen.

B.3.16 Bình, nhựa.**B.4 Quy trình****B.4.1 Tách kim loại kiềm và canxi**

Pha này bao gồm các giai đoạn sau:

- Làm bay hơi dung dịch nitric thu được sau khi chuẩn bị phần mẫu thử cho đến khi thể tích khoảng từ 50 mL đến 100 mL hoặc cho đến khi xuất hiện muối.
- Thêm 200 mL HNO_3 đậm đặc (B.2.3) và làm bay hơi cho đến khi thể tích bằng 100 mL hoặc xuất hiện muối. Đậy bằng mặt kính đồng hồ và để nguội.
- Thêm 50 mL HNO_3 đậm đặc (B.2.3).

- d) Khuấy trong 30 min.
- e) Lọc $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ thu được sử dụng bơm lọc và cái lọc làm bằng sợi thủy tinh (B.3.10).
- f) Để kết tủa đến khô. Làm sạch bằng HNO_3 đậm đặc (B.2.3). Đổ bỏ dịch lọc.
- g) Hòa tan kết tủa trong nước nóng, đã loại khoáng (B.2.1). Làm sạch cái lọc để thu được 50 mL dung dịch.

B.4.2 Tách bari, radi và chì

Pha này bao gồm các giai đoạn sau

- a) Điều chỉnh pH từ 4 đến 6 bằng amoni đậm đặc (B.2.2).
- b) Thêm 4 mL bari axetat (B.2.9) và gia nhiệt.
- c) Thêm 1 mL natri cromat 1 mol/L (B.2.6) và khuấy.
- d) Để nguội, lọc sử dụng bơm lọc và cái lọc làm bằng sợi thủy tinh (B.3.10) hoặc phễu Buchner (B.3.12).
- e) Rửa cái lọc bằng nước đã loại khoáng (B.2.1). Đổ bỏ cái lọc và kết tủa.

B.4.3 Tách sản phẩm phân hạch và ytri

Pha này bao gồm các giai đoạn sau:

- a) Chuyển dịch lọc vào bình thủy tinh 250 mL và thêm 1 mL dung dịch chất mang Fe^{+3} (B.2.6).
- b) Điều chỉnh pH đến 9 sử dụng amoni đậm đặc (B.2.2).
- c) Đun nóng trong 10 min, tránh để sôi.
- d) Để nguội và lọc dùng cái lọc bằng sợi thủy tinh (B.3.10)
- e) Rửa cái lọc bằng 10 mL nước đã loại khoáng (B.2.1). Đổ bỏ cái lọc và kết tủa.
- f) Ghi ngày và thời gian kết tủa $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ theo $t = 0$ với thời gian từ khi tách ytri có trong phần mẫu thử.

B.4.4 Làm sạch stronti

Pha này bao gồm các giai đoạn sau:

- a) Điều chỉnh pH đến 8 dùng amoni (B.2.2), thêm 20 mL dung dịch natri cacbonat bão hòa (B.2.15). Khuấy trong 30 min.
- b) Lọc SrCO_3 thu được dùng bơm lọc và cái lọc sợi thủy tinh (B.3.11). Rửa cốc thủy tinh và kết tủa bằng dung dịch natri cacbonat 0,1 mol (B.2.15) và sau đó bằng nước đã loại khoáng (B.2.1).
- c) Đổ bỏ dịch lọc, để kết tủa khô trong ít nhất 10 min, dùng bơm chân không của hệ thống lọc.
- d) Tắt bơm chân không (B.3.10) và rót từ từ 100 mL HNO_3 đậm đặc (B.2.3) qua kết tủa.

- e) Bật bơm chân không để kết tủa sấy khô.
- f) Hòa tan kết tủa bằng nước và thu lấy dung dịch trong cốc thủy, nên dùng nước nóng.
- g) Điều chỉnh pH từ 8 đến 9 dùng amoni đậm đặc (B.2.2); làm nóng trong vài phút, tránh để sôi.
- h) Thêm 10 mL dung dịch natri cacbonat bão hòa (B.2.16). Khuấy trong 30 min.
- i) Lọc SrCO_3 thu được dùng bơm chân không và cái lọc bằng sợi thủy tinh hoặc xenlulo đã được cân trước (B.3.11). Rửa cốc thủy tinh và kết tủa bằng dung dịch amoni 1 % và sau đó rửa bằng nước đã loại khoáng (B.2.1) hoặc metanol (B.2.14).

B.4.4.1 Chuẩn bị nguồn đo bằng PC

Quy trình này cần được tiến hành như sau:

- a) Đặt cái lọc cùng với kết tủa SrCO_3 trực tiếp vào một đĩa thử đã cân trước (B.3.15), đây là nguồn được đo.
- b) Để nguồn được sấy khô trong lò (B.3.3) cho đến khi khối lượng không đổi, sau đó để nguội trong bình hút ẩm (B.3.14).
- c) Sau khi cân, đặt nguồn vào bình hút ẩm (B.3.14) cho đến khi đo.

B.4.4.2 Chuẩn bị nguồn đo bằng LSC

Quy trình này cần được tiến hành như sau:

- a) Hòa tan SrCO_3 kết tủa vào tối đa 35 mL axit nitric (B.2.5). Cho dung dịch này vào một bình nhựa đã được cân trước (B.3.16) và ghi khối lượng.
- b) Chuyển 14 mL dung dịch này vào một bình polyetylen 25 mL (B.3.16) đã được cân trước và ghi lại khối lượng.
- c) Thêm 6 mL dung dịch nhấp nháy (B.2.12); cân và khuấy cho đến khi hòa tan. Đây là nguồn được đo.
- d) Bảo quản nguồn ở $(4 \pm 3)^\circ\text{C}$ cho đến khi đo.

B.4.5 Chiết ytri

Pha này bao gồm các giai đoạn sau:

- a) Hòa tan SrCO_3 kết tủa vào tối đa 35 mL axit nitric (B.2.5). Cho dung dịch này vào một bình nhựa đã được cân trước (B.3.16) và ghi khối lượng.
- b) Thêm dung dịch mang ytri (B.2.13)
- c) Bảo quản trong hai tuần để đạt được trạng thái cân bằng ^{90}Y lớn hơn 90 %.
- d) Rót dung dịch này ở trạng thái cân bằng vào ống ly tâm (B.3.7). Điều chỉnh pH đến 8 dùng amoni (B.2.2); làm nóng trên bếp cách thủy ở 90°C . Làm mát để tách kết tủa.

- e) Thu phần dịch nổi phía trên vào cốc thủy tinh, trong phần này có chứa chất mang Sr hoặc các chất đánh dấu cho phép xác định hiệu suất chiết của stronti.
- f) Ghi lại ngày và thời gian tách stronti
- g) Hòa tan kết tủa ytri trong 5 giọt HCl đậm đặc (B.2.10) và 30 mL nước đã loại khoáng (B.2.1).
- h) Vừa khuấy, vừa thêm 5 mL dung dịch axit oxalic bão hòa (B.2.11) và điều chỉnh pH từ 2 đến 2,5 dùng amoni (B.2.2). Làm nóng trên bếp cách thủy 90 °C, sau đó để nguội trong 15 min.
- i) Lọc kết tủa ytri oxalat qua cái lọc làm bằng sợi thủy tinh đã được cân trước (B.3.11). Rửa ống ly tâm bằng nước cất.

B.4.5.1 Chuẩn bị nguồn đo bằng PC

Quy trình này được tiến hành như sau

- a) Đặt cái lọc cùng với kết tủa ytri oxalat trực tiếp vào một đĩa thử đã cân trước (B.3.15), đây là nguồn được đo.
- b) Để nguồn được sấy khô trong lò (B.3.3) cho đến khi khối lượng không đổi, sau đó để nguội trong bình hút ẩm (B.3.14).
- c) Sau khi cân, đặt nguồn vào bình hút ẩm (B.3.14) cho đến khi đo.

B.4.5.2 Chuẩn bị nguồn đo bằng LSC

Quy trình này cần được tiến hành như sau:

- a) Hòa tan kết tủa ytri oxalat vào tối đa 35 mL axit nitric (B.2.5). Cho dung dịch này vào một bình nhựa đã được cân trước (B.3.16) và ghi khối lượng.
- b) Chuyển 14 mL dung dịch này vào một bình polyetylen 25 mL (B.3.16) đã được cân trước và ghi lại khối lượng.
- c) Thêm 6 mL dung dịch nhấp nháy (B.2.12); cân và khuấy cho đến khi hòa tan. Đây là nguồn được đo.
- d) Bảo quản nguồn ở $(4 \pm 3) ^\circ\text{C}$ cho đến khi đo.

B.4.6 Xác định hiệu suất hóa học

Hiệu suất hóa học được xác định như sau

- a) Hiệu suất hóa học của ytri $R_{c,y}$ được tính từ tỉ số của khối lượng kết tủa oxalat thu được với khối lượng ytri oxalat tương đương được bổ sung vào làm chất mang trong giai đoạn giữa của quy trình, được tính theo Công thức (B.1):

$$R_{c,y} = \frac{m_{o,p}}{m_{oy}} \quad (\text{B.1})$$

Trong đó

$m_{o,p}$ là khối lượng của kết tủa oxalat thu được;

$m_{o,y}$ là khối lượng oxalat được tính từ lượng chất mang ytri được bổ sung vào.

b) Hiệu suất hóa học của stronti, $R_{C,Sr}$ được tính từ chất mang hoặc chất đánh dấu stronti bằng một trong các quy trình sau:

1) Hiệu suất hóa học được tính từ tỉ số của khối lượng kết tủa cacbonat thu được với khối lượng stronti cacbonat tương đương được bổ sung vào làm chất mang ở giai đoạn bắt đầu của quy trình, được tính theo Công thức (B.2):

$$R_{C,Sr} = \frac{m_{c,p}}{m_{c,Sr}} \quad (B.2)$$

Trong đó

$m_{c,p}$ là khối lượng của kết tủa cacbonat thu được;

$m_{c,Sr}$ là khối lượng cacbonat được tính từ lượng chất mang stronti được bổ sung vào.

2) Hiệu suất hóa học được tính từ tỉ số giữa hoạt độ của kết tủa cacbonat thu được, đo bằng phổ gamma, với hoạt độ tương đương ^{85}Sr theo lý thuyết được bổ sung vào làm chất mang ở giai đoạn bắt đầu của quy trình, được tính theo Công thức (B.3):

$$R_{C,Sr} = \frac{A_{^{85}\text{Sr},M}}{A_{^{85}\text{Sr},T}} \quad (B.3)$$

Trong đó

$A_{^{85}\text{Sr},M}$ là hoạt độ của ^{85}Sr được đo bằng phổ gamma;

$A_{^{85}\text{Sr},T}$ là hoạt độ của ^{85}Sr theo lý thuyết được bổ sung vào giai đoạn bắt đầu của quy trình.

Phụ lục C

(Tham khảo)

**Đo stronti 90 từ sản phẩm con của chúng cân bằng ytri 90
bằng phương pháp chiết hữu cơ**

C.1 Nguyên lý

Ytri được chiết ra khỏi dung dịch mẫu sử dụng dung môi hữu cơ HDEHP, tại pH 1,4. Sau khi rửa pha hữu cơ trong HCl 1 mol/L và chiết lại ytri từ pha mẫu dùng HCl 9 mol/L, dung dịch được làm tinh khiết lại lần nữa dùng dung dịch TOM. Cuối cùng, ytri được kết tủa dưới dạng oxalat và canxi trong lò nung ở 900 °C, trước khi đo bằng đếm β dùng máy đếm tỉ lệ.

Khi không có các chất phát tia β gây nhiễu, do đánh giá trong quá trình phân rã ^{90}Y bằng giám sát độ giảm tốc độ đếm, và khi sự phân rã hoàn toàn, mức hoạt độ còn lại được so sánh với hoạt độ của phòng nền.

Chất đánh dấu được dùng là ytri bền vững dưới dạng bột kim loại. Bột này được thêm vào mẫu trong quá trình phá mẫu ở tỉ lệ từ 5 mg đến 10 mg cho một gam của mẫu thử.

Khối lượng của phần mẫu thử cần được tính đến hoạt độ trước đó của mẫu và giới hạn phát hiện mong muốn. Quy trình được mô tả dưới đây được áp dụng cho mẫu rắn có khối lượng từ 5 g đến 10 g.

C.2 Thuốc thử**C.2.1 Nước, đã loại khoáng****C.2.2 Axit clohydric, loãng, $c(\text{HCl}) = 9 \text{ mol/L}$** **C.2.3 Axit clohydric, loãng, $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/L}$** **C.2.4 Heptan.****C.2.5 Dung dịch HDEHP [axit di-(2-etyhexyl)phosphoric]: 145 mL HDEHP cho 855 mL heptan.**

Đảm bảo rằng thuốc thử là tinh khiết bằng cách rửa chúng trong một thể tích nước bằng với thể tích thuốc thử sao cho sau thao tác này, pH cần phải lớn hơn 3.

C.2.6 Toluene**C.2.7 Dung dịch TOM (trioxyl metyl amoni clorua): 333 mL TOM cho 666 mL toluen.****C.2.8 Amoni, đậm đặc, $w(\text{NH}_4\text{OH})$ tối thiểu = 28 %****C.2.9 Axit oxalic, dung dịch bão hòa ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 140 \text{ g/L}$).**

C.2.10 Ytri, kim loại, dạng bột

C.2.11 Axit nitric, loãng, $c(\text{HNO}_3) = 2 \text{ mol/L}$.

C.2.12 Axit nitric, loãng, $c(\text{HNO}_3) = 2,5 \text{ mol/L}$

C.3 Thiết bị, dụng cụ

C.3.1 Cân, phân tích, chính xác đến 0,1 mg

C.3.2 Lò nung Muffle, có bộ điều chỉnh nhiệt độ theo chương trình.

C.3.3 Bếp điện, kiểm soát được nhiệt độ

C.3.4 Máy ly tâm, lạnh

C.3.5 pH mét.

C.3.6 Thiết bị lọc, dùng cho giấy lọc không tro.

C.3.8 Cái lọc màng hoặc giấy lọc không tro, có độ xốp trung bình 0,45 μm .

C.3.9 Phễu tách, 250 mL

C.3.10 Đĩa thử, làm bằng thép không gỉ, có cạnh, có đường kính tương thích với cấu hình hình học của máy đếm hoặc lọ polyetylen.

C.3.11 Ống ly tâm, 250 mL

C.3.12 Chén nung, silic oxit.

C.4 Quy trình

Mẫu được hòa tan theo phương pháp được mô tả ở Phụ lục A. Chất đánh dấu [5 mg đến 10 mg ytri kim loại (C.2.10) cho một gam vật liệu thử] được cho vào mẫu trong pha phá mẫu. Về nguyên tắc, việc này tạo nên dung dịch nitric dùng cho quy trình tách hữu cơ được mô tả dưới đây.

C.4.1 Tách hóa học ytri

Pha tách hóa học ytri bao gồm các giai đoạn sau

- Làm bay hơi dung dịch nitric thu được sau khi làm dung dịch hóa mẫu, cho đến khi gần như khô.
- Thêm 100 mL HCl (C.2.3). Điều chỉnh pH đến 1,4 bằng amoni loãng.
- Rót mẫu vào phễu tách 250 mL (C.3.9) và cho 50 mL dung dịch HDEHP (C.2.5).
- Khuấy nhẹ trong vài phút, ghi lại ngày và thời gian tách tính theo $t = 0$ đối với thời điểm từ khi tách ytri có trong phần mẫu thử và để chúng lắng trong 30 min. Loại bỏ pha loãng.
- Rửa pha hữu cơ năm lần trong 20 mL HCl (C.2.3). Khuấy trong 1 min, để lắng trong 2 min, mỗi lần loại bỏ pha nước.

- f) Chiết ^{90}Y từ pha hữu cơ 5 lần dùng 10 mL HCl (C.2.2). Khuấy trong 1 min và để lắng trong 2 min, mỗi lần thu hồi pha nước.
- g) Chuyển pha nước vào phễu tách 250 mL khác.
- h) Cho 50 mL dung dịch TOM (C.2.7), khuấy nhẹ trong vài phút và để chúng lắng trong 15 min.
- i) Thu pha lỏng vào cốc thủy tinh 250 mL và cho 50 mL nước đã loại khoáng. Nếu pha này tạo vẩn đục, bắt đầu làm tinh khiết lại lần nữa với 50 mL dung dịch TOM (C.2.7).
- j) Cho 60 mL đến 80 mL amoni đậm đặc (C.2.8) và để sôi trong 2 min để tạo được vẩn ytri hydroxit. Để lắng và nguội trong khoảng 20 min.
- k) Chuyển vào ống ly tâm (C.3.11) và ly tâm trong 10 min ở 3000 r/min.
- l) Loại bỏ phần nổi phía trên và thu lấy lượng cặn còn lại bằng cách thêm 5 mL HNO_3 (C.2.11).
- m) Chuyển vào cốc thủy tinh 100 mL và cho thêm 10 mL dung dịch axit oxalic bão hòa (C.2.9). Làm đầy đến 50 mL bằng nước.
- n) Đưa đến điểm sôi và dừng ngay khi xuất hiện bọt. Để lắng trong khoảng 30 min.
- o) Lọc dùng màng lọc 0,45 μm (C.3.8) để thu lấy kết tủa ytri oxalat.

C.4.1.1 Chuẩn bị nguồn đo cho PC

Quy trình này được tiến hành như sau

- a) Chuyển cái lọc vào chén nung silic (C.3.12), đẩy miệng chén và đặt trong lò nung Muffle (C.3.2) ở 900 °C trong 5 min. Để nguội
- b) Thu lượng còn lại (oxit ytri) bằng cách cho vào 5 mL nước đã loại khoáng và phun lên trên một đĩa làm bằng thép không gỉ đã được cân trước (C.3.10), sử dụng pipet một điểm
- c) Cân đĩa thử có chứa oxit ytri lắng đọng. Ghi lại khối lượng của Y_2O_3 .

C.4.1.2 Chuẩn bị nguồn đo cho LSC

Quy trình này cần được tiến hành như sau:

- a) Hòa tan kết tủa ytri oxalat vào tối đa 35 mL axit nitric (C.2.12). Cho dung dịch này vào một bình nhựa đã được cân trước và ghi khối lượng.
- b) Chuyển 14 mL dung dịch này vào một bình polyetylen 20 mL đã được cân trước và ghi lại khối lượng.
- c) Thêm 6 mL dung dịch nhấp nháy; cân và khuấy cho đến khi dung dịch đồng nhất. Đây là nguồn được đo.
- d) Bảo quản nguồn ở $(4 \pm 3)^\circ\text{C}$ cho đến khi đo.

C.4.2 Xác định hiệu suất hóa học

Hiệu suất hóa học được xác định như sau

- a) Đối với phép đo PC, hiệu suất hóa học của ytri $R_{c,y}$ được tính từ tỉ số khối lượng kết tủa oxit ytri đo được với khối lượng ytri kim loại được bổ sung vào làm chất mang, hệ số hiệu chỉnh bằng 1,27, được tính theo Công thức (C.1):

$$R_{c,y} = \frac{m_{o,p}}{m_{m,y} \cdot 1,27} \quad (C.1)$$

Trong đó

$m_{o,p}$ là khối lượng của kết tủa oxit thu được;

$m_{o,y}$ là khối lượng chất mang ytri kim loại được bổ sung vào.

- b) Đối với phép đo LSC, hiệu suất hóa học của ytri, $R_{c,y}$ được tính của khối lượng kết tủa oxalat thu được với khối lượng ytri oxalat tương đương được bổ sung vào làm chất mang được tính theo Công thức (C.2):

$$R_{c,y} = \frac{m_{o,p}}{m_{o,y}} \quad (C.2)$$

Trong đó

$m_{o,p}$ là khối lượng của kết tủa oxalat thu được;

$m_{o,y}$ là khối lượng oxalat được tính từ lượng chất mang ytri được bổ sung.

Phụ lục D

(Tham khảo)

Đo stronti sau khi tách trên nhựa đặc trưng "ete crown"**D.1 Nguyên tắc**

Các nguyên tố kiềm thổ (stronti, canxi, bari) được kết tủa dưới dạng phosphat trong môi trường bazơ. Bari, nếu có ở lượng lớn, được loại bỏ dưới dạng nitrat. Stronti được hấp phụ chọn lọc trên cột đặc trưng "ete crown" trong môi trường HNO_3 (từ 3 mol/L đến 8 mol/L) sau đó rửa giải dùng dung dịch HNO_3 0,5 mol/L. Hoạt độ β của ^{90}Sr được đo bằng đếm nhấp nháy lỏng hoặc bằng cách đếm dùng máy đếm tỉ lệ sau khi dung dịch được làm bay hơi trên đĩa thử.

D.2 Thuốc thử

D.2.1 Chất hỗ trợ, bọc bằng ete crown đặc trưng cho chiết stronti.

D.2.2 Muối stronti, không hoạt tính

D.2.3 Nước, phù hợp với loại 3 theo TCVN 4851 (ISO 3696), hoặc tốt hơn.

D.2.4 Dung dịch stronti chuẩn, dùng cho xác định bằng quang phổ.

D.2.5 Axit phosphoric, loãng, $c(\text{H}_3\text{PO}_4) = 9 \text{ mol/L}$

D.2.6 Nhôm nitrat, $c[\text{Al}(\text{NO}_3)_3] = 0,5 \text{ mol/L}$, trong axit nitric, $c(\text{HNO}_3) = 3 \text{ mol/L}$ đến 8 mol/L.

D.2.7 Axit nitric, loãng, $c(\text{HNO}_3) = 3 \text{ mol/L}$ đến 8 mol/L

D.2.8 Axit nitric, loãng, $c(\text{HNO}_3) = 0,5 \text{ mol/L}$

D.2.9 Amoni, đậm đặc $w(\text{NH}_4\text{OH})$ tối thiểu = 28 %

D.2.10 Dung dịch nhấp nháy, nếu sử dụng phương pháp đếm nhấp nháy lỏng

D.3 Thiết bị, dụng cụ

D.3.1 Cân, độ chính xác đến 0,1 mg

D.3.2 Ly tâm

D.3.3 Lò, thông gió, hoặc bếp điện, có bộ điều chỉnh nhiệt độ

D.3.4 Quang phổ hấp thụ nguyên tử, phổ phát xạ nguyên tử plasma cặp cảm ứng hoặc phổ khối lượng plasma cặp cảm ứng.

D.3.5 pH met

D.3.6 Hệ thống làm bay hơi

D.3.7 Thiết bị đếm β , được trang bị máy đếm tỉ lệ dòng khí hoặc máy đếm nhấp nháy lỏng

D.3.8 Đĩa thử, làm bằng thép không gỉ, nếu chọn đếm tỉ lệ, hoặc bình phù hợp với máy đếm nhấp nháy lỏng được chọn.

D.3.9 Ống ly tâm, 50 mL

D.4 Quy trình

Mẫu được hòa tan. Chất đánh dấu (10 mg stronti không hoạt hóa) được cho vào mẫu trong pha phá mẫu. Sau khi làm dung dịch hóa, dung dịch ntríc thu được được pha loãng đến 100 mL bằng nước cất.

D.4.1 Tách hóa học stronti

Các bước của quy trình phân lập hóa học ^{90}Sr được tiến hành như sau:

- Cho 5 mL H_3PO_4 (D.2.5).
- Tạo môi trường bazơ bằng cách cho NH_4OH (D.2.9) để pH nằm trong khoảng từ 9,5 đến 10.
- Thu lấy kết tủa bằng cách ly tâm (vài lần nếu cần).
- Làm bay hơi kết tủa trong lò ở 70°C hoặc trên bếp điện (D.3.3) trong cùng bình chứa cho đến khi gần khô.
- Hòa tan muối trong ít nhất 10 mL dung dịch $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ (D.2.6) (nếu cần có thể nhiều hơn). Quá trình làm dung dịch hóa phải hoàn toàn.
- Đặt cột có chứa 2,8 g chất hỗ trợ được bọc bằng ete crown (D.2.1) trên một giá đỡ.
- Đổ nước trong cột nhỏ vào cốc thủy tinh.
- Chuẩn bị nhựa bằng cách cho 20 mL HNO_3 (D.2.7).
- Lọc mẫu trong các phần 2,5 mL.
- Tráng bình chứa có chứa dung dịch có 3 mL HNO_3 (D.2.7). Rót dung dịch qua cột.
- Tráng cột ít nhất ba lần bằng 3 mL HNO_3 (D.2.7).
- Ghi ngày và thời gian khi việc tráng rửa hoàn thành.
- Làm khô các giọt trên mặt của bình chứa cột.
- Đặt bình chứa nhỏ dưới cột và rửa giải stronti bằng ít nhất 10 mL ($V_{\text{rửa giải}}$) HNO_3 (D.2.8).
- Lấy phần nhỏ dung dịch để xác định hiệu suất chiết hóa học.
- Sử dụng một máy thổi để làm bay hơi thể tích còn lại trên đĩa thử làm bằng thép không gỉ nếu đo hoạt độ bằng cách đếm tỉ lệ hoặc chuẩn bị nguồn cho phép đo đếm nhấp nháy lỏng.

D.4.2 Xác định hiệu suất hóa học

Hiệu suất hóa học của stronti được xác định theo Công thức (D.1):

$$R_{C,Sr} = \frac{m_{Sr}}{m_{Sr,T}} \quad (D.1)$$

Trong đó

m_{Sr} là khối lượng của stronti trong dung dịch rửa giải được đo bằng AAS, ICP-AES hoặc ICP-MS.

$m_{Sr,T}$ là khối lượng stronti được thêm vào lúc đầu.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] UNE 73340-3, Procedimiento para la determinación de la radiactividad ambiental. Métodos analíticos. Parte 3: Determinación de la concentración de actividad de ^{89}Sr y ^{90}Sr en suelos y sedimentos, 2004
- [2] NF M 60-790-7, Énergie nucléaire – Mesure de la radioactivité dans l'environnement – Sol – Partie 7: Méthodes de mesure du strontium 90 dans les échantillons de sol, 1999
- [3] NUREG-1576, EPA 402-B-04-001A, NTIS PB2004-105421, Multi-Agency Radiological Laboratory Analytical Protocols Manual (MARLAP), 2005
- [4] CIEMAT, *Procedimiento para la determinación de Sr-89 y Sr-90 en suelos y sedimentos, Procedimiento específico N° MA/07*, 1993
- [5] U.S. Department of Energy, *The Procedures Manual of the Environmental Measurements Laboratory*, HASL-300, 1997
- [6] HORWITZ, E.P., *New Chromatographic Materials for Determinations of Actinides, Strontium, and Technetium in Environmental, Bioassay, and Nuclear Waste Samples*, 1993
- [7] HORWITZ, E.P., CHIARIZIA, R., DIETZ, M.L., A novel strontium selective extraction chromatographic resin, *Solvent extraction and ion exchange*, Vol. 10, No. 2, pp. 313-336, 1992
- [8] VAJDA, N., Determination of radiostrontium in soil samples using a crown ether, *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, Articles*, Vol. 162 (2), pp. 307-323, 1992
- [9] GRAU MALONDA, A., GARCIA-TORAÑO, E. and LOS ARCOS, J.M., *Int. J. Appl. Radiat. Isot.*, 36, (2), 157, 1985
- [10] WEISE, K., HÜBEL, K., MICHEL, R., ROSE, E., SCHLÄGER, M., SCHRAMMEL, D., TÄSCHNER, M., *Determination of the detection limit and decision threshold for ionizing radiation measurements — Fundamentals and particular applications; Proposal for a standard*, Report FS-05-129-AKSIGMA, Fachverband für Strahlenschutz, TÜV-Verlag (Cologne), 2005
- [11] TCVN 4851 (ISO 3696), Nước dùng cho phân tích phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử
- [12] ISO 11929, Determination of the characteristic limits (decision threshold, detection limit and limits of the confidence interval) for measurements of ionizing radiation – Fundamentals and application
- [13] TCVN 9595-3 (ISO/IEC Guide 98-3), Độ không đảm bảo đo – Phần 3: Hướng dẫn trình bày độ không đảm bảo đo (GUM:1995)